

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

AQ
DD
S-25
PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: 01179471 A

(43) Date of publication of application: 17.07.89

(51) Int. Cl

H01L 33/00

(21) Application number: 63001605

(71) Applicant: NATL INST FOR RES IN INORG MATER

(22) Date of filing: 07.01.88

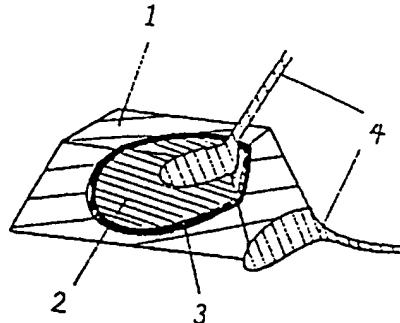
(72) Inventor: MISHIMA OSAMU
ERA AKIRA
TANAKA JUNZO
YAMAOKA NOBUO

(54) P-N JUNCTION TYPE LIGHT EMITTING ELEMENT OF CUBIC BORON NITRIDE

(57) Abstract:

PURPOSE: To obtain an element of this design which emits light rays that range from infrared rays to ultraviolet rays by a method wherein a fluorescent substance is annexed to a p-n junction or an (n) side surface of an element which is provided with a p-n junction and formed of a cubic boron nitride as a mother crystal.

CONSTITUTION: A high and low temperature section are provided in a vessel sealed under a high temperature and a high pressure condition, and cubic BN raw material particles and a p-type or an n-type doping material dissolved in a lithium nitride calcium solvent is placed in the high temperature section. And, beryllium and silicon are employed as a p-type doping material and an n-type doping material respectively. Next, a cubic boron nitride crystal substrate of a conductivity type different from that of the above-mentioned doping material is put in the low temperature section, and cubic boron nitride crystal of conductivity type different from that of the crystal substrate is made to grow on the crystal substrate through separating taking advantage of the dissolution difference due to the temperature difference, whereby a p-n junction composed of an n-type layer 1 and a p-type layer 2 can be obtained. When a fluorescent substance is annexed to the surface of a p-n junction face 3, an element of this design can emit light rays which range from infrared rays to ultraviolet rays.



COPYRIGHT: (C)1989,JPO&Japio

⑪ 公開特許公報 (A) 平1-179471

⑫ Int.Cl.

H 01 L 33/00

識別記号

庁内整理番号

A-7733-5F

⑬ 公開 平成1年(1989)7月17日

審査請求 有 請求項の数 2 (全3頁)

⑭ 発明の名称 立方晶室化ほう素のP-n接合型発光素子

⑮ 特願 昭63-1605

⑯ 出願 昭63(1988)1月7日

⑰ 発明者 三島 修 茨城県つくば市並木4-914-203

⑰ 発明者 江良 暉 茨城県つくば市千現1-13-12

⑰ 発明者 田中 順三 茨城県つくば市吾妻2-803-203

⑰ 発明者 山岡 信夫 茨城県つくば市二の宮3-14-10

⑰ 出願人 科学技術庁無機材質研究所長 茨城県つくば市並木1丁目1番地

本発明の要旨は、

- 1) 立方晶窒化ほう素を母結晶にしたp-n接合を持つ粒子からなる発光粒子。
 - 2) 立方晶窒化ほう素を母結晶にしたp-n接合を持つ粒子のp-n接合部またはn側表面に蛍光体を附設したものからなる発光粒子。
- にある。

立方晶窒化ほう素を母結晶にしたp-n接合を持つ粒子は次の方法によって製造し得られる。

高圧高温下で密封された例えばモリブデン製容器中に高温部と低温部を作り、高温部に立方晶BN原料粒とp型またはn型ドープ材をこれらの溶媒例えば窒化リチウム・カルシウム(LiCaBN_x)溶媒に溶かしたものを入れ、低温部に前記ドープ材と異なる型の立方晶窒化ほう素結晶基板を置き温度による溶解差を利用して低温部に置いた結晶基板上にこれとは異なる伝導型の立方晶窒化ほう素を析出成長させることによりp-n接合のものが得られる。容器の圧力、温度は4~7GPa、1300~2400°C範囲で行うことができる。好ましくは5.5

GPa、約1700°Cである。

n型ドープ材としては例えシリコン、p型ドープ材としてはベリリウムが挙げられる。p-n接合面があまり小さいと発光強度も弱くなるので、0.3平方ミリメータはあることが望ましい。母結晶の大きさや形状は制限されず、その形状は塊状結晶でも薄板結晶のものでもよい。このp-n接合に電流を流すとp-n接合の近傍の電子と正孔の再結合によって発光する。電流量がゼロであると発光しないが、電流量を増していくば発光強度は増加する。1mm程度の大きさのp-n接合を持つ粒子においては1mA以上の電流を通すのがよい。p-n接合に電流を流すにはp型部側とn型部側に電極をつけ、そこから電流を流せばよい。電流の向きはp型からn型に流すのが通常であるが、その逆方向でも発光する。

その発光は赤色より長い波長のものだけでなく、赤色から紫外域をも含む領域に亘って発光し得られる。

このp-n接合部またはn側表面に蛍光体を附

設すると、発光色を変化させることができる。

実施例1.

p型立方晶窒化ほう素結晶基板の作成

325~400メッシュの立方晶窒化ほう素の粒子とLiCaBN_x溶媒の粉末を、モリブデン製育成容器に(内径4mm、内高3mm、厚さ1mm)内に詰める。このとき溶媒の中に1重量%の金属ベリリウム粉末を入れておく。前記モリブデン製育成容器は高温部と低温部の温度差をつけるように構成され、高温部を加熱加圧して5.5GPa、1700°Cとし20時間保持する。これにより低温部にp型立方晶窒化ほう素結晶基板が得られた。

p-n接合

前記のp型立方晶窒化ほう素結晶板を種結晶として育成容器低温部に置き、前記と同じ立方晶窒化ほう素粒子と5重量%のシリコン粒を入れたLiCaBN_x溶媒粉末とを詰め、前記と同じ条件下で育成することにより、p型結晶の上にn型単結晶が育成されることにより、p-n接合結晶は全体が約1mm大の単結晶で、中心部に緑青色のp型、周囲が

透明山吹色のn型結晶からなるものであった。

第1図に示すように、p-n接合を挟むp型部とn型部に銀ベーストの電極⁴をつけ、p型側を正n型側を負にして70ボルトの順バイアス電圧をかけると、p型からn型に2ミリアンペアの電流が流れた。銀ベースト電極と立方晶窒化ほう素半導体との間の電圧降下を除いたp-n接合を挟むp型部とn型部との間の電圧は間隔約0.2mmにおいて約5ボルトであった。2ミリアンペアの電流を通して実体顕微鏡でp-n接合粒子を観察したところ、p-n接合部に沿ってその近くのn型側に青白い発光が観察された。

実施例2.

実施例1における電圧を10ボルトの逆バイアス電圧としたところ、p-n接合を挟むp型部とn型部間の電圧は-40ボルトで、n型からp型に0.5ミリアンペアの電流が流れ、n型部が橙色に輝いた。

実施例3.

実施例1において流す電流を変化させて発光強

度を光度計で測定したところ、電流量の増加と共に発光強度も増加した。数ミリアンペア流せば肉眼でも発光を検知し得られる。

実施例4.

実施例1および2の条件下で、発光スペクトルを分光光度計で測定した。その結果は第2図に示す通りであった。この図は測定系の感度補正を行っていない生のデータである。この結果が示すように、2000オングストロームの紫外域から青色にかけても発光することが確認された。また電流量の増加と共に短波長へ発光域が拡大された。

* なお、p-n接合を持たないp型もしくはn型だけの素子では電流を通じても発光は検知できなかった。

実施例5.

実施例1のp-n接合部、またはn側表面に、銀ドープ硫化亜鉛、銅ドープ硫化亜鉛、ニーロビウムドープイットリウムオキシサルファイドの蛍光体をそれぞれ塗布し、p-n接合に順方向の電流を流したところ、それぞれ、青色、緑色、赤色

の発光が得られた。

発明の効果

本発明は従来の素材を用いたp-n接合型発光素子では得られなかつた青色から紫外域の発光を生ずるp-n接合型発光素子を提供し得たものである。更に母結晶が立方晶型化ほうせいであるため、その熱伝導率、硬度、化学的安定性においても従来のものに比し優れており、そのため高温等、あるいは苛酷な条件下でも使用可能である効果もある。

4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の発光素子の実施形態図で、第2図は実施例4で得られた分光スペクトルを示す。

1 : n型、 2 : p型、
3 : p-n接合面、 4 : 電極。

特許出願人 科学技術庁無機材質研究所長

湖高信



第2図

第1図

